SNI 7119-4:2017

Standar Nasional Indonesia

Udara ambien – Bagian 4: Cara uji kadar timbal (Pb) dengan metoda destruksi cara basah menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala

ICS 13.040.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7119-4:2017 dengan judul *Udara ambien – Bagian 4 : Cara uji kadar timbal (Pb) dengan metoda destruksi cara basah menggunakan spektrofotometer serapan atom*, merupakan revisi dari SNI 19-7119.4-2005.

Standar ini dirumuskan dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas udara ambien. SNI ini dapat diterapkan untuk teknik pengujian parameter timbal (Pb) sebagaimana tercantum dalam peraturan kualitas udara ambien.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*. Standar ini telah dibahas dan disetujui dalam rapat konsensus nasional di Jakarta pada tanggal 18 Oktober 2016. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (stakeholder) terkait, yaitu: perwakilan dari produsen, konsumen, pakar, dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 30 Januari 2017 sampai dengan 30 Maret 2017, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Udara ambien – Bagian 4: Cara uji kadar timbal (Pb) dengan metoda destruksi cara basah menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan timbal (Pb) di udara ambien dengan destruksi cara basah dari partikel tersuspensi total (*Total Suspended Particle*, TSP) yang diperoleh dari alat *High Volume Air Sampler* (HVAS) kemudian diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala.

2 Acuan normatif

SNI 7119-3, *Udara ambien – Bagian 3: Cara uji partikel tersuspensi total menggunakan peralatan High Volume Air Sampler (HVAS) dengan metode gravimetri*

3 Istilah dan definisi

Untuk keperluan penggunaan Standar ini, berlaku istilah dan definisi berikut.

3.1
udara ambien
udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfir yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, makhluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya

3.2
µg/Nm^3
satuan ini dibaca sebagai mikrogram per normal meter kubik, notasi N menunjukan satuan volume hisap udara dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg)

3.3
larutan induk
larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

3.4
larutan standar
larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

3.5
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

3.6
spike matrix
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku

3.7
pengendalian mutu
kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metode, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Partikel di udara ambien ditangkap dengan menggunakan alat HVAS dan media penyaring atau filter. Timbal yang terkandung di dalam partikel tersuspensi tersebut didestruksi dengan menggunakan pelarut asam, kemudian diukur dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) nyala.

4.2 Bahan

a) asam nitrat pekat;
b) asam klorida pekat;
c) larutan asam nitrat (HNO_3) (2+98)
Masukkan kurang lebih 200 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1.000 mL. Tambahkan ke dalamnya 20 mL HNO3 pekat dan kemudian tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera 1.000 mL, larutan dihomogenkan.

d) larutan asam klorida (HCl) (1+2)
Masukkan kurang lebih 300 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1.000 mL. Tambahkan ke dalamnya 300 mL HCl pekat dan kemudian tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera 900 mL, larutan dihomogenkan.

e) gas asetilen;
f) air bebas mineral;
g) hidrogen peroksida (H_2O_2) pekat; dan
h) larutan induk timbal 1.000 µg/mL.

4.3 Peralatan

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) nyala;
b) pemanas listrik yang dilengkapi dengan pengatur suhu;
c) labu ukur 50 mL, 100 mL, dan 1.000 mL;
d) gelas piala 200 mL atau 250 mL; dan 1.000 mL;
e) gelas ukur 100 mL dan 1.000 mL;
f) pipet volumetrik;
g) kaca arloji;
h) kertas saring berpori 80 µm diameter 125 mm atau 110 mm;
i) alat pemotong yang terbuat dari keramik; dan
j) corong gelas.

CATATAN Semua peralatan gelas yang digunakan harus direndam dengan asam nitrat 5 % selama 12 jam, kemudian dibilas dengan air bebas mineral.

4.4 Persiapan pengujian

4.4.1 Pembuatan larutan standar timbal (Pb) 100 µg/mL

a) pipet 10 mL larutan induk timbal 1.000 µg/mL dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan air bebas mineral sampai tepat pada tanda tera, lalu homogenkan.

4.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

a) buat deret larutan kerja dalam labu ukur 50 mL dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran, dimana standar larutan kerja terendah merupakan limit deteksi metode;
b) atur alat spektrofotometer serapan atom (SSA) nyala dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar Pb;
c) aspirasikan larutan deret standar satu persatu ke dalam alat SSA nyala melalui pipa aspirator, kemudian baca dan catat masing-masing serapannya;
d) buat kurva kalibrasi antara serapan dan konsentrasi Pb.

4.5 Pengujian contoh uji

a) siapkan kertas filter yang berasal dari pengujian partikel tersuspensi total (TSP) sesuai dengan SNI 7119-3;
b) ukur dan catat panjang dan lebar filter yang terpapar debu (mm) hitung luasnya (mm^2).
c) potong kertas filter menjadi 4 bagian yang sama kemudian hitung dan catat luasnya (mm^2);
d) ambil satu bagian potongan filter tersebut sebagai contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala 200 mL atau 250 mL (diberi kode “A”);
e) tambahkan 60 mL larutan HCl (1+2);
f) tambahkan 5 mL H_2O_2 pekat dan tutup mulut gelas piala “A” dengan kaca arloji;
g) letakkan gelas piala “A” di atas pemanas listrik, panaskan contoh uji selama kurang lebih satu jam pada suhu 105°C;
h) turunkan contoh uji dari pemanas dan biarkan hingga mencapai suhu kamar;
i) tambahkan kembali 5 mL H_2O_2 pekat dan lanjutkan pemanasan gelas piala bertutup kaca arloji di atas pemanas listrik selama 30 menit;
j) dinginkan contoh uji dan kemudian bilas kaca arloji dengan air bebas mineral;
k) saring contoh uji dengan kertas saring, residu kertas saring tetap terdapat dalam gelas piala “A” dan tampung filtrat pada gelas piala 200 mL atau 250 mL (diberi kode “B”);
l) tambahkan kembali 50 mL larutan HCl (1+2) ke dalam gelas piala “A” hasil pengerjaan langkah 4.5 butir k, tutup dengan kaca arloji dan lakukan pemanasan selama 30 menit;
m) dinginkan contoh uji dan kemudian lakukan penyaringan kembali;
n) satukan filtrat dalam gelas piala “B”;
o) panaskan filtrat dalam gelas piala “B” sampai mendekati kering (sisa cairan tinggal sedikit) yang ditandai dengan terbentuknya kristal atau garam pada dinding gelas piala “B”;
p) tambahkan 10 mL HNO_3 (2+98) ke dalam gelas piala “B” lanjutkan pemanasan selama beberapa menit (sampai seluruh residu terlarut);
q) dinginkan dan saring contoh uji, tampung filtrat dalam labu ukur 50 mL;
r) bilas gelas piala “B” dengan HNO_3 (2+98) kemudian hasil bilasan masukkan kembali ke dalam labu ukur 50 mL;
s) tepatkan isi labu ukur sampai tanda tera dengan HNO_3 (2+98) dan homogenkan;
t) contoh uji siap dianalisis dengan SSA nyala;
u) lakukan langkah 4.5 butir a) sampai t) untuk pengujian blanko;
v) aspirasikan larutan contoh uji ke dalam SSA nyala. Bila serapan dari contoh uji lebih rendah dari nilai serapan larutan standar dengan konsentrasi terendah, maka ulangi

langkah 4.5 butir d) sampai t) dengan menggunakan keseluruhan bagian potongan filter terpapar yang tersisa.

CATATAN Lakukan langkah 4.5 butir e) sampai s) di dalam ruang asam.

4.6 Perhitungan

Perhitungan kadar timbal dalam contoh uji dilakukan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$C_{Pb} = \frac{(C_t - C_b) \times V_t \times {}^{S}/_{S_t}}{V} \quad (1)$$

Keterangan:

CPb adalah kadar timbal di udara (μg/Nm3);
C_t adalah kadar timbal dalam larutan contoh uji (μg/mL);
C_b adalah kadar timbal dalam larutan blanko (μg/mL);
V_t adalah volume larutan contoh uji (mL);
S adalah luas contoh uji yang terpapar debu pada permukaan filter (mm^2);
S_t adalah luas contoh uji yang digunakan (mm^2);
V adalah volume udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg (Nm^3).

CATATAN Volume udara yang dihisap dihitung berdasarkan perhitungan pada saat pengambilan contoh uji partikel tersuspensi total di udara ambien.

5 Pengendalian mutu

a) gunakan bahan kimia pro analisis (pa);
b) gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi;
c) gunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom nyala yang telah dilakukan uji kinerja;
d) koefisien korelasi regresi linier (r) untuk kurva kalibrasi lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi;
e) lakukan analisis blanko sebagai kontrol kontaminasi.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama dan tanda tangan analis.
3) Tanggal analisis.
4) Batas deteksi.
5) Perhitungan.
6) Data lapangan pengambilan contoh uji.
7) Hasil pengukuran contoh uji.
8) Kadar Pb dalam contoh uji.

Lampiran B
(informatif)
Prosedur pengendalian mutu

Pengendalian mutu dapat dilakukan dengan langkah berikut di bawah ini:

B.1 Duplikat analisis

Analisis duplo dilakukan sebagai kontrol ketelitian analisis. Nilai perbedaan persen relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih kecil dari 15 %.

Persen RPD:

$$\%\mathrm{RPD} = \left|\frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2}\right| \times 100\ \% \quad (2)$$

B.2 Persen temu balik

kontrol akurasi dilakukan dengan *spike matrix*. Kisaran persen temu balik (% *recovery*) untuk *spike matrix* adalah 80 % sampai dengan 120 %

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left(\frac{A-B}{C}\right) \times 100\ \% \quad (3)$$

Keterangan:

%R adalah persen temu balik (%)
A adalah kadar timbal dalam larutan contoh uji yang diperkaya (spike) (µg/mL);
B adalah kadar timbal dalam larutan contoh uji yang tidak diperkaya (spike) (µg/mL);
C adalah kadar timbal standar teoritik (target value) (µg/mL);

dengan,

$$\mathrm{C} = \frac{\mathrm{y} \times \mathrm{z}}{\mathrm{v}} \quad (4)$$

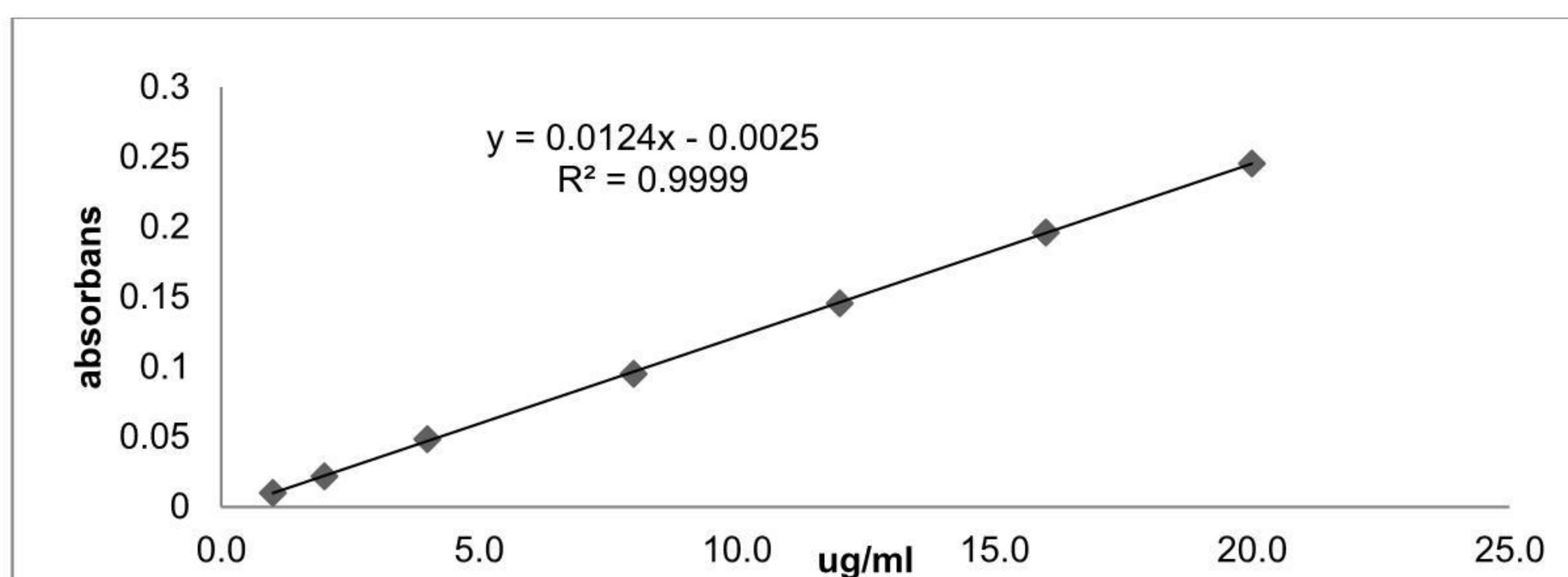
Keterangan:

y adalah volume standar yang ditambahkan (mL)
z adalah kadar timbale yang ditambahkan (µg/mL);
v adalah volume akhir (mL);

Lampiran C
(informatif)
Contoh perhitungan verifikasi metode pengujian timbal di udara ambien

C.1 Perhitungan LoD dan LoQ

Tabel C.1.1 – Kurva kalibrasi Pb

Larutan Standar	Konsentrasi Pb	Abs
	μg/ml	
Std-1	1,0	0,0101
Std-2	2,0	0,0219
Std-3	4,0	0,0485
Std-4	8,0	0,0952
Std-5	12,0	0,1456
Std-6	16,0	0,1963
Std-7	20,0	0,2456
Method Slope		0,0124
Intercept		-0,0025
Correlation Determination (R)		0,9999
Correlation Coefficien (r)		0,9999
STEYX		0,0010
Batas keberterimaan		r ≥ 0.995
KESIMPULAN LINEARITAS		Diterima
LOD (larutan)		0,24
LOQ (larutan)		0,81
CATATAN Sumber: P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan		

Gambar C.1.1 – Kurva kalibrasi Pb

Tabel C.1.2 – Perhitungan LoD dan LoQ

Pb	Volume Larutan	Volume Udara (Nm^3)	($\mu g/Nm^3$)	baku mutu ($\mu g/Nm^3$)
LOD	50	1727,9	0,007	2
LOQ	50	1727,9	0,023	
CATATAN Sumber: P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan				

Syarat keberterimaan :

a) *Intercept* ≤ MDL Estimasi
Intercept/*slope* = 0,0025/0,0124 = 0,2
MDL estimasi = 4/10 x LoQ = 4/10 x 1 = 0,4

b) Penentuan P-*value* (ANOVA)
P-*value*/significance F ≤ 0,05 pada tingkat kepercayaan 0,05

Tabel C.1.3 – Perhitungan *significance* F

	df	*SS*	*MS*	*F*	*Significance F*
Regression	1	0,0488337	0,0488337	48691,21333	$3,62729 \times 10^{-11}$
Residual	5	$5,01463 \times 10^{-6}$	$1,00293 \times 10^{-6}$		
Total	6	0,048838714			

Tabel C.1.4 – Perhitungan P-*value*

	Coefficients	*Standard Error*	*t Stat*	*P-value*	*Lower 95 %*	*Upper 95 %*
Intercept	-0,00250067	0,00063146	-3,96016684	0,01074105	-0,00412388	-0,00087746
X Variable 1	0,012392138	$5,61592 \times 10^{-5}$	220,660856	$3,62729 \times 10^{-11}$	0,01224778	0,0125365

Significance F: $3,62729 \times 10^{-11} \leq 0,05$

c) Pengukuran larutan standar tengah
Syarat deviasi 5 % atau $\%R_{CCS}$ = 100 ± 5

Tabel C.1.5 – Pengukuran larutan standar tengah

Larutan Standar	Konsentrasi		Absorbansi	Konsentrasi Hitung (µg)	%Rccs
	(µg)	(µg/Nm3)			
Std-5	8	0,095	7,8679	98,3	Std-5

d) Koefisien Determinasi (R^2) ≥ 0,990
R^2: 0,9999 ≥ 0,990

C.2 Pengujian *limit of linearity*

Tabel C.2.1 – Pengujian *limit of linearity*

µg O_x	abs1	abs2	abs3	abs4	abs5	abs6	abs7	abs8	abs9	abs10	SD
1	0,0102	0,0101	0,0105	0,0107	0,0110	0,0109	0,0108	0,0117	0,0101	0,0101	0,00052
20	0,2456	0,2451	0,2445	0,2449	0,2454	0,246	0,2451	0,2451	0,2458	0,2469	0,00068
CATATAN Sumber: P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan											

$F_{hitung} = SD_1^2 / SD_2^2$, dimana $SD_1 > SD_2$
$F_{hitung} = 1{,}70$
F_{tabel} (0,01, 9, 9) = 5,35
$F_{hitung} < F_{tabel}$, diterima

C.3 Reprodusibilitas : penentuan akurasi dan presisi

Tabel C.3.1 – Perhitungan reprodusibilitas

Ulangan sampel	Abs	Kons. Sampel µg/ml	Abs Spike	Sampel + Spike µg/ml	Kons. Standar µg/ml	% Rec
1	0,0142	1,3477	0,0255	2,2596	0,9119	91,2
2	0,0143	1,3558	0,0261	2,3080	0,9522	95,2
3	0,0142	1,3477	0,0266	2,3483	1,0006	100,1
4	0,0145	1,3719	0,0282	2,4774	1,1055	110,6
5	0,0147	1,3880	0,0293	2,5662	1,1782	117,8
6	0,0142	1,3477	0,0266	2,3483	1,0006	100,1
7	0,0139	1,3235	0,0285	2,5016	1,1782	117,8
Rata-rata					1,0467	104,7
Standar Deviasi (SD)					0,1075	
MDL = 3.143 x SD					0,338	
LoQ = 10 x SD					1,075	
Signal/noise (S/N)					9,73	
% RSD					10,27	

Tabel C.3.2 – Batas keberterimaan reprodusibilitas

No.	Batas keberterimaan	Hasil			Kesimpulan
1	MDL x 10 > Spike	3,380	>	1	DITERIMA
2	MDL < spike	0,338	<	1	DITERIMA
3	MDL < baku mutu	0,338	<	1	DITERIMA
4	S/N berkisar 2.5 - 10	9,73			DITERIMA
5	%R = 75 - 125 %	104,7	%		DITERIMA
6	%RSD ≤ 2/3Horwitz	10,27	<	10,65	DITERIMA

Bibliografi

[1] Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 41 tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara.

[2] ERTC Textbook, *Method of air pollution sampling/gas and dust/particulate*, 1991, JICA 4.3 Analysis.

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek perumus SNI
Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua	:	Noer Adi Wardojo
Wakil Ketua		Giri Darminto
Sekretaris	:	Diah Wati Agustayani
Anggota	:	1. Anwar Hadi
		2. Ardeniswan
		3. Henggar Hardiani
		4. Muhamad Farid Sidik
		5. M.S. Belgientie TRO
		6. Noor Rachmaniah
		7. Oges Susetio
		8. Sri Bimo Andy Putro
		9. Sunardi
		10. Oges Susetio

[3] Konseptor rancangan SNI
1. Puji Purwanti
2. Retno Puji Lestari
3. Ricky Nelson
4. Pusat Penelitian dan Pengembangan Kualitas dan Laboratorium Lingkungan - Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI
Pusat Standardisasi Lingkungan dan Kehutanan
Sekretariat Jenderal Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan
Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan